

Optically brightened organic white pigment prodn. useful in paper

Publication number: DE4401471

Publication date: 1994-07-28

Inventor: RENNER ALFRED DR (CH)

Applicant: CIBA GEIGY AG (CH)

Classification:

- **international:** C08G12/12; C08K5/00; C09B67/20; C09D7/00;
C08G12/00; C08K5/00; C09B67/00; C09D7/00; (IPC1-
7): C09D5/02; C09B67/20; C07C309/30; C07D251/68;
C08G12/12; C08K5/42; C08L61/24; C09D17/00;
C09K11/06; D21H19/42; C08K5/42; C08K5/3492

- **europen:** C08G12/12; C08K5/00P4; C09B67/00N2; C09D7/00P

Application number: DE19944401471 19940119

Priority number(s): CH19930000184 19930122

[Report a data error here](#)

Abstract of DE4401471

In the prodn. of optically brightened organic white pigments (I), optical brighteners (II) are incorporated during mfr. of the organic white pigment (III). Pref. (III) is a urea/HCHO condensate obtd. by condensation of an aq. soln. contg. urea and HCHO at pH 6.0-8.0 and 30-100 deg.C, then treating the precondensate with an acid, further reaction of the resultant gel and recovery. The urea/HCHO molar ratio is 1:(1.25-1.80), pref. 1:(1.26-1.40). Pref. (II) is a water-soluble or dispersible cpd., pref. a coumarin, pyrazoline or esp. stilbene cpd., partic. a bis(triazinylamino)-stilbene-disulphonic acid cpd., or a distyryldiphenyldisulphonic acid cpd.. Specified (II) are 4,4'-bis(4-diethylamino-6-(2,5-disulphoanilino)-1,3,5-triazine-2-yl-amino)-stilbene-2,2'-disulphonic acid (IIA); 4,4'-bis(4-anilino-(morpholino-1,3,5-triazin-2-yl-amino)-stilbene-2,2'-disulphonic acid (IIB); 4,4'-bis(4-di-2-hydroxyethylamino-6-anilino-, 4,4'-bis(4-anilino-6-methoxy- or 4,4'-bis (4-di-2-hydroxyethylamino-6-(4-sulpho-anilino)-1,3,5-triazin-2-yl-amino)-stilbene-2,2'-disulphonic acid; or 4,4'-bis(2-sulphostyryl)-diphenyl, all as Na salts.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

C45
Wlabst

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 44 01 471 A 1

⑯ Int. Cl. 5:

C 09 B 67/20

C 08 G 12/12

C 08 L 61/24

C 08 K 5/42

C 09 D 17/00

C 09 K 11/06

C 07 D 251/68

D 21 H 19/42

C 07 C 309/30

// (C08K 5/42,
5:3492)C09D 5/02

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯

22.01.93 CH 184/93

⑯ Anmelder:

Ciba-Geigy AG, Basel, CH

⑯ Vertreter:

Zumstein, F., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Klingseisen, F.,
Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 80331 München

⑯ Erfinder:

Renner, Alfred, Dr., Muntelier, CH

⑯ Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten organischen Weißpigmenten

⑯ Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten organischen Weißpigmenten, indem während der Herstellung der organischen Weißpigmente, insbesondere von Harnstoffformaldehydkondensationsprodukten, optische Aufheller inkorporiert werden, wobei die erhaltenen optisch aufgehellten organischen Weißpigmente infolge des sehr niedrigen Gehaltes an freiem Formaldehyd ungiftig sind, das Abwasser nicht mit optischen Aufhellern belasten und durch einen hohen Weißgrad ausgezeichnet sind; sie können in der Papierindustrie, für Beschichtungen und als Komponenten von Dispersionsfarben und zum Aufhellen von Recyclingbeziehungsweise Öko-Papieren eingesetzt werden.

DE 44 01 471 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 06.94 408 030/420

10/50

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten organischen Weißpigmenten, vor allem von optisch aufgehellten Weißpigmenten von Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukten sowie die gemäß dem Verfahren erhaltenen, optisch aufgehellten organischen Weißpigmente und deren Verwendung in erster Linie in der Papierindustrie, aber auch für Beschichtungen und als Komponenten von Dispersionsfarben.

Seit langem wird versucht, den Weißgrad von organischen Weißpigmenten zu steigern. Der diesbezüglich am häufigsten eingeschlagene Weg besteht darin, den Weißpigmenten auf mechanischem Weg optische Aufheller beizumischen (z. B. DE-A-26 28 571) oder, z. B. bei der Anwendung in Aufzeichnungsmaterialien, der Beschichtungsmasse, getrennt vom Weißpigment, einen geeigneten optischen Aufheller zuzugeben (DE-A-28 47 855). Derartige Verfahren, die jeweils eine getrennte Zugabe von organischem Weißpigment und optischem Aufheller anwenden, ergeben jedoch nur eine geringe Steigerung des Weißgrads und haben zudem den großen Nachteil, daß die Abwasser durch den zugesetzten optischen Aufheller mehr oder weniger stark belastet werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, u. a. ein Verfahren zu entwickeln, welches erlaubt, organische Weißpigmente mit hohem Weißgrad herzustellen, die das Abwasser nicht belasten.

Die Lösung liegt erfundungsgemäß in einem Verfahren, wonach optische Aufheller während der Herstellung der organischen Weißpigmente in diese inkorporiert werden.

Die Erfindung betrifft somit ein Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten organischen Weißpigmenten, dadurch gekennzeichnet, daß man während der Herstellung der organischen Weißpigmente optische Aufheller inkorporiert, vor allem aber ein Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukten, durch:

- a) Kondensation einer wäßrigen Lösung enthaltend Harnstoff und Formaldehyd bei einem pH-Wert von 6,0 bis 8,0 und einer Temperatur von 30 bis 100°C, dann
- b) zur Gelierung Versetzen des erhaltenen Kondensates mit einer Säure, und anschliessend
- c) Nachreaktion des erhaltenen Gels und nachfolgende Aufarbeitung,

dadurch gekennzeichnet, daß vor, während oder nach der Gelierung dem Reaktionsmedium ein in Wasser löslicher oder dispergierbarer optischer Aufheller zugesetzt wird.

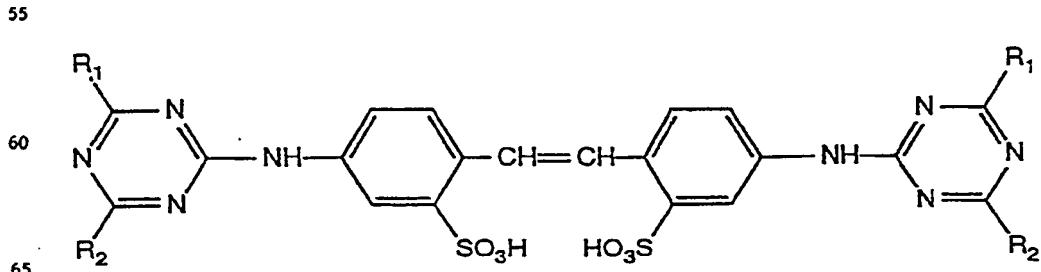
Gemäß dem erfundungsgemäßen Verfahren erfolgt in der ersten Stufe die Kondensation von Formaldehyd mit Harnstoff zu einem Vorkondensationsprodukt. Diese Kondensationsreaktion wird in wäßriger Lösung bei einem pH-Wert von 6 bis 8, vor allem 6,5 bis 7,5 und insbesondere 7,0 und bei einer Temperatur von 30 bis 100°C, vor allem 65 bis 75°C, während etwa 20 bis 40 Minuten, gegebenenfalls in Gegenwart eines Schutzkolloides, wie z. B. Polyvinylalkohol, Stärke, Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose, Hydroxypropylcellulose und vorzugsweise Carboxymethylcellulose, durchgeführt. Formaldehyd wird dabei zweckmäßig als 30%-ige wäßrige Formaldehydlösung eingesetzt. Das Molverhältnis von Formaldehyd zu Harnstoff beträgt vorzugsweise 1 Mol Harnstoff zu 1,25 bis 1,80 Mol Formaldehyd und insbesondere 1 Mol Harnstoff zu 1,26 bis 1,40 Mol Formaldehyd.

Das erhaltene Vorkondensat wird ohne Isolation durch Zugabe einer Säure und, sofern der in Wasser lösliche oder dispergierbare optische Aufheller vor der Gelierung dem Vorkondensat zugesetzt wird, was vorzugsweise der Fall ist, geliert. Die Gelierungszeit des Vorkondensates liegt in den meisten Fällen innerhalb von 4 bis 30 Sekunden.

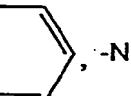
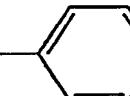
Als Säuren kommen anorganische und organische Säuren in Frage. Genannt sind in diesem Zusammenhang z. B. Schwefelsäure, Phosphorsäure, Salzsäure, Salpetersäure, Sulfaminsäure, Armeisensäure, Oxalsäure, Maleinsäure, Bernsteinsäure und Chloressigsäure. Besonders bevorzugt sind Schwefelsäure und Sulfaminsäure als Gelierungskatalysatoren. Sie geben Anlaß zur Bildung von kolloidalen Partikeln mit ausreichend großer spezifischer Oberfläche. Es können aber auch Gemische der oben erwähnten Säuren verwendet werden.

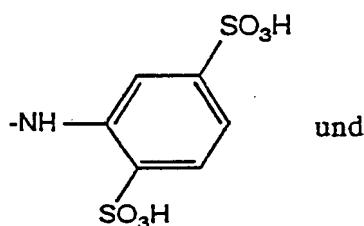
Die Zugabe der Säure erfolgt in Mengen von 10 bis 100 Millimolen, vorzugsweise 20 bis 50 Millimolen pro Mol Harnstoff.

Beim in Wasser löslichen bis dispergierbaren optischen Aufheller handelt es sich um die verschiedensten Verbindungen mit oder ohne wasserlöslich machende Gruppen, wie die Sulfonsäuregruppe. Erfundungsgemäß geeignet sind vor allem Stilben-, Cumarin- oder Pyrazolin-Verbindungen. Besonders interessant sind Stilben-Verbindungen und vor allem die Alkali-, insbesondere die Na-Salze, der Bis-(triazinylamino)-stilben-disulfonsäuren der Formel

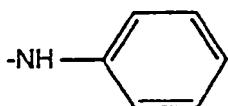


worin

R_1 -N(CH₂CH₂OH)₂, -NH-, -NH--SO₃H oder

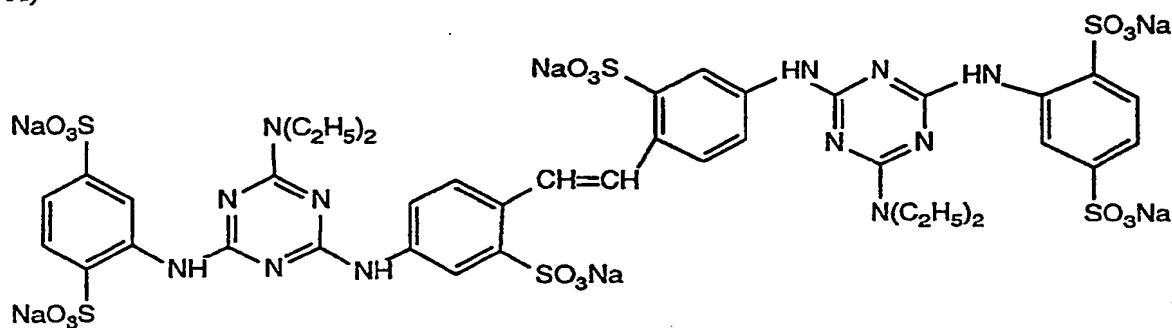


R_2 -Cl, -NH₂, -NHCH₃, -N(CH₂CH₂OH)₂, —N

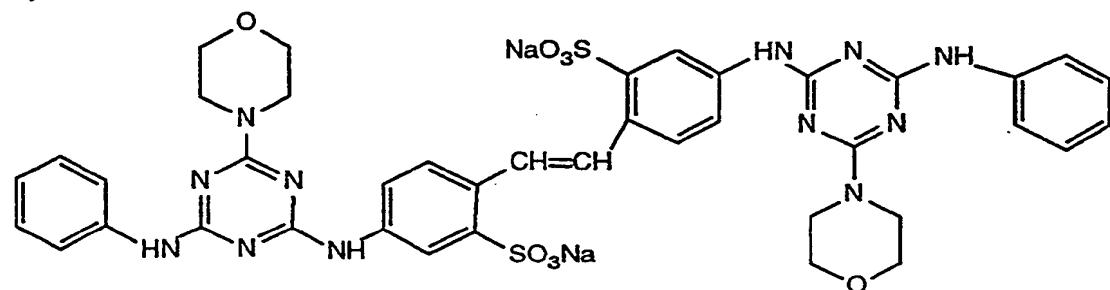
, -OCH₃, -N(CH₃)CH₂CH₂OH, -N(CH₂CHOHCH₃)₂, oder -N(C₂H₅)₂

bedeuten. Von besonderem Interesse sind ferner die Stilben-Verbindungen der Formeln:

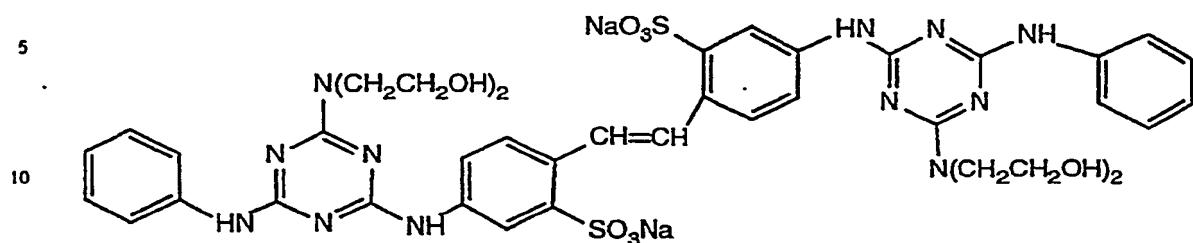
A)



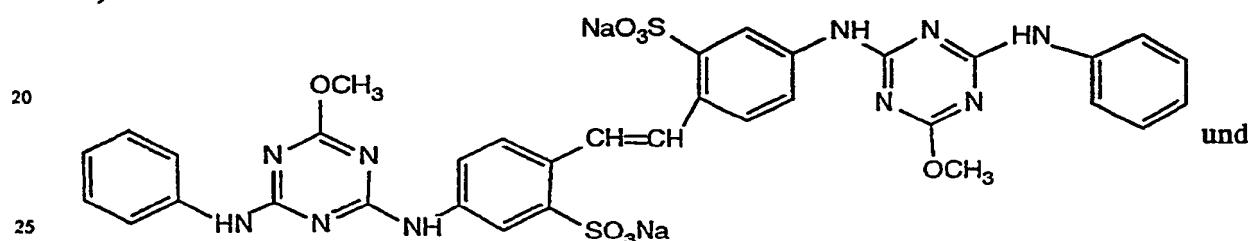
B)



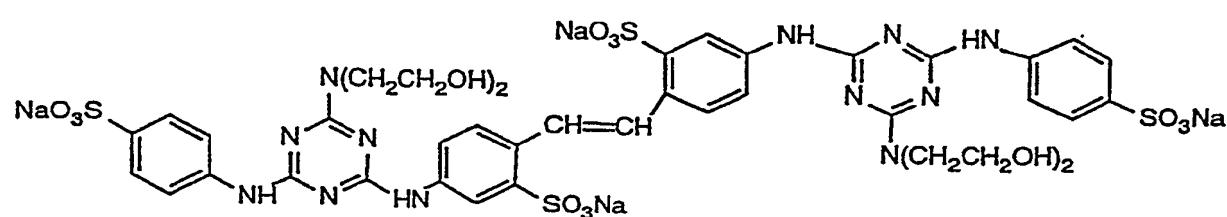
C)



D)

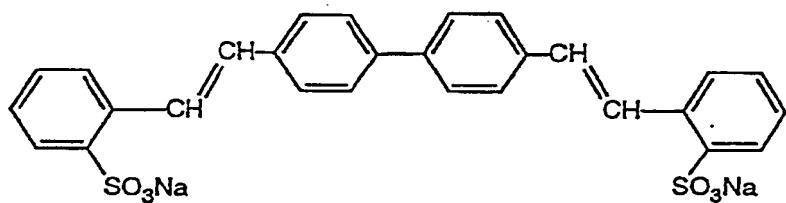


E)

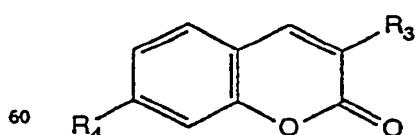


Des weiteren ist von besonderem Interesse die Distyryldiphenyldisulfonsäure der Formel

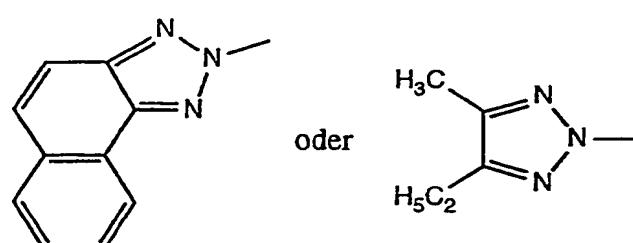
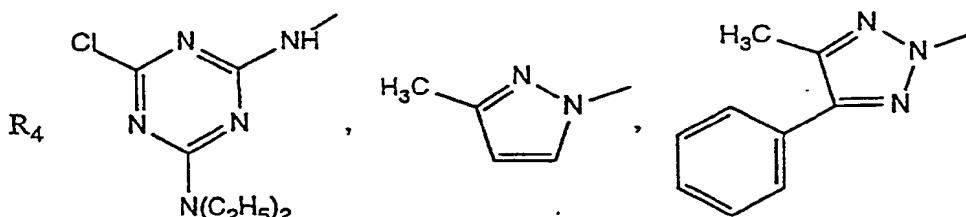
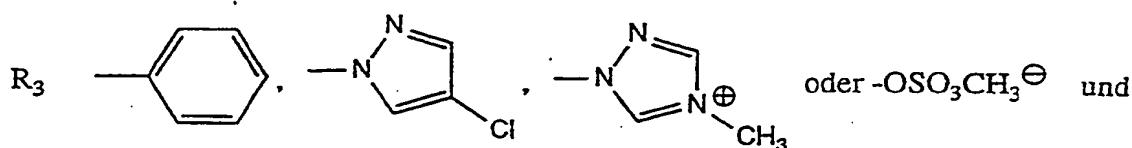
F)



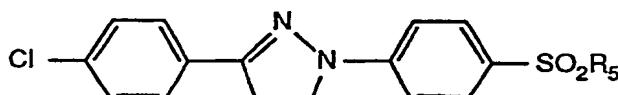
Weitere optische Aufheller sind; Cumarin-Verbindungen, vor allem 3,7-disubstituierte Cumarine der Formel:



worin



bedeuten, sowie:
Pyrazolin-Verbindungen, vor allem 1,3-Diphenylpyrazoline der Formel:



worin R_5 — NH₂, — NHCH₂CH₂CH₂N(CH₃)₂, — NH(CH₂)₃N[⊕](CH₃)₂CH₂CH₂OH, — CH₃, — CH₂CH₂OCH(CH₃)CH₂N(CH₃)₂ oder — CH₂CH₂SO₃H bedeutet.

All die optischen Aufheller werden vorzugsweise in Mengen von 0,001 bis 1,0 Gew.%, vor allem 0,01 bis 0,5 Gew.% und insbesondere 0,1 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge an Harnstoff und Formaldehyd, der Reaktionsmischung zugegeben.

Es ist aber auch möglich, Mischungen von optischen Aufhellern zuzusetzen.

Das erhaltene Gel wird anschließend auf übliche Art und Weise aufbereitet, z. B. durch Ausreagieren lassen während 2 Std. bei etwa 65° — 75°C, Neutralisieren, gegebenenfalls Zugabe eines der oben genannten optischen Aufheller oder deren Mischung für den Fall, daß die Zugabe des optischen Aufhellers erst nach der Gelierung erfolgt, und anschließendes Filtrieren, Waschen, Trocknen und gegebenenfalls Mahlen, um eine geeignete Teilchengröße zu erhalten.

Zweckmäßig erfolgt das Mahlen durch eine Naßmahlung oder in einer Ultra-Turrax-Mühle. Bei der Naßmahlung in einer Perlühle wird das Mahlgut mit Glasperlen, die mit hoher Geschwindigkeit gerührt werden, zur gewünschten mittleren Agglomeratgröße zerkleinert.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren werden blendend weiße organische Pigmente, vor allem blendend weiße Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte mit einem sehr geringen Gehalt an freiem Formaldehyd erhalten, in welchen der optische Aufheller oder auch Mischungen dieser Aufheller inkorporiert oder adsorbiert sind. Die Produkte, umfassend vor allem Polymere, stellen feste, kolloidale Partikeln mit einem mittleren Durchmesser von 0,1 bis 0,2 µm dar, die zu Pigment-Partikeln mit einem mittleren Durchmesser von 3 bis 20 µm agglomeriert sind. Die Größe dieser Agglomerate wird durch Zerkleinerungs- und Sichtungsvorgänge bestimmt. Die Herstellung, Struktur und Morphologie dieser Partikeln ist von A. Renner in "Die makromolekulare Chemie", Bd. 149 (1971), S. 1 — 27 beschrieben. Die erfindungsgemäßen Partikeln weisen eine spezifische Oberfläche von etwa 5 bis 30 m²/g nach BET auf.

Die erfindungsgemäß erhaltenen, optisch aufgehellten, organischen Weißpigmente, insbesondere die Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte sind vor allem hochdispers. Sie eignen sich besonders gut für die Papier- und Kartonindustrie, wobei jeder gebräuchliche Zellstoff verwendet werden kann, und zur Herstellung hochweißer, wässriger Dispersionsfarben. Auch können sie vorteilhaft zum Aufhellen von grauen oder gelbstichigen Recycling- beziehungsweise Öko-Papieren eingesetzt werden und ersparen somit eine Chlorbleiche dieser Öko-Papiere, die dann vielfach zu weiterer Vergilbung neigen.

Die mit diesen Produkten behandelten Substrate sind vor allem überraschend durch einen sehr hohen Weißgrad gekennzeichnet, der unerwartet wesentlich höher ist als bei getrennter Zugabe von organischem

Weißen und optischen Aufhellern; in den jeweiligen Abwässern ist einerseits kein optischer Aufheller nachweisbar, was ökologisch von großem Vorteil ist, und andererseits sind diese Produkte auch nicht toxisch, da sie den sehr niederen Gehalt an freiem Formaldehyd von weniger als 0,2 Gew.% aufweisen.

Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Erfindung, ohne sie darauf zu limitieren. Die eingesetzten optischen Aufheller liegen in handelsüblicher Qualität vor, d. h. sie können noch übliche Stellmittel und Restwasser enthalten, so daß der Wirkstoffgehalt unter 100% liegen kann.

Beispiel 1:

10 Man löst 8,0 g des Natriumsalzes einer hochmolekularen Carboxymethylcellulose (Blanose® 7 FHD der Firma Aqualon) in 456 g deionisiertem Wasser, setzt 640 g einer 30%igen wässrigen Formaldehydlösung zu, löst darin 300 g Harnstoff und kondensiert die Reaktionslösung während 30 Min. bei einem pH-Wert von 7,0 und einer Temperatur von 70°C. Anschließend wird das Vorkondensat auf 50°C abgekühlt und in 5 gleiche Teile (gemäß Beispiele 1.1, 1.2, 1.3, 1.4 und 1.5) à je 280 g geteilt. Jeder dieser Teile wird mit einer Lösung von 2,55 g konzentrierter Schwefelsäure in 130 g Wasser versetzt. Mit Ausnahme der ersten Lösung (Beispiel 1.1) werden den Säurelösungen optische Aufheller der in der folgenden Tabelle 1 angegebenen Struktur und Menge zugesetzt, wobei die chemischen Strukturen der Aufheller anschließend an die nachstehende Tabelle 3 angegeben sind.

15 Die Reaktionsgemische gelieren innerhalb 19-27 Sekunden. Man läßt die Gele während 2 Stunden bei 70°C ausreagieren, zerkleinert sie, gibt die gleiche Menge Wasser zu und vermahlt sie mit einem hochtourigen Mixer. Man stellt den pH-Wert auf 7,5 mit 10%iger Sodalösung ein, filtriert die Suspension, wäscht den Rückstand, trocknet ihn über Nacht bei 80°C und vermahlt während 2 Stunden in einer Kugelmühle. Es werden optisch aufgehellte Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte erhalten, deren Eigenschaften in Tabelle 1 angegeben sind.

20

25

Tabelle 1

Beispiel Nr.	optischer Aufheller		Gel.-Zeit (sec.) des Reaktionsgemisches	optisch aufgehellte Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte		
	Struktur	mg Zugabe		Ausbeute (g)	Spez. Oberfläche (m ² /g)	Weissgrad nach Ganz 1)
1.1	-	-	19,1	77,5	11,3	90
1.2	A	23	19,4	77,5	10,6	125
1.3	A	75	17,2	78,8	12,4	144
1.4	B	23	26,2	79,9	9,2	108
1.5	B	75	27,0	78,3	7,9	99

30 1) s. z.B. R. Griesser, Stand der instrumentellen Weissbewertung unter besonderer
 35 Berücksichtigung der Beleuchtung. Textilveredelung 18 (1983), Nr. 5, S. 157-162.

Beispiel 2

55 Ein Vorkondensat wird gemäß Beispiel 1 aus 600 g Harnstoff, 1400 g 30%iger wässriger Formaldehydlösung und 790 g deionisierten Wassers bei einem pH-Wert von 7,0 und einer Temperatur von 70°C während 30 Min hergestellt. Das Vorkondensat wird auf 50°C abgekühlt und in 9 Teile à je 279 g geteilt. Jeder dieser Teile wird mit einer Lösung von 3,05 g Sulfaminsäure in 92 ml Wasser von 50°C versetzt. Außer zur ersten Lösung (Beispiel 2.1) werden vor der Gelierung des Vorkondensates kleine Mengen von optischen Aufhellern gemäß Tabelle 2 in 60 den angegebenen Mengen zugesetzt.

Die Aufarbeitung der Gele erfolgt wie im Beispiel 1 beschrieben.

Tabelle 2

Beispiel Nr.	optischer Aufheller		Gel.-Zeit (sec.) des Reaktionsgemisches	optisch aufgehellte Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte		
	Struktur	mg Zugabe		Ausbeute (g)	Spez. Oberfläche (m ² /g)	Weissgrad nach Ganz
2.1	-	-	4,6	81	26,1	93
2.2	C	23	4,7	84	23,0	111.
2.3	C	75	5,3	83,4	24,2	127
2.4	D	23	6,3	83	23,8	119
2.5	D	75	5,0	84	26,4	129
2.6	E	23	11,4	86	22,5	130
2.7	E	75	12,6	86	12,8	166
2.8	F	23	14,3	84	9,0	129
2.9	F	75	10,6	85,5	17,6	134

Beispiel 3

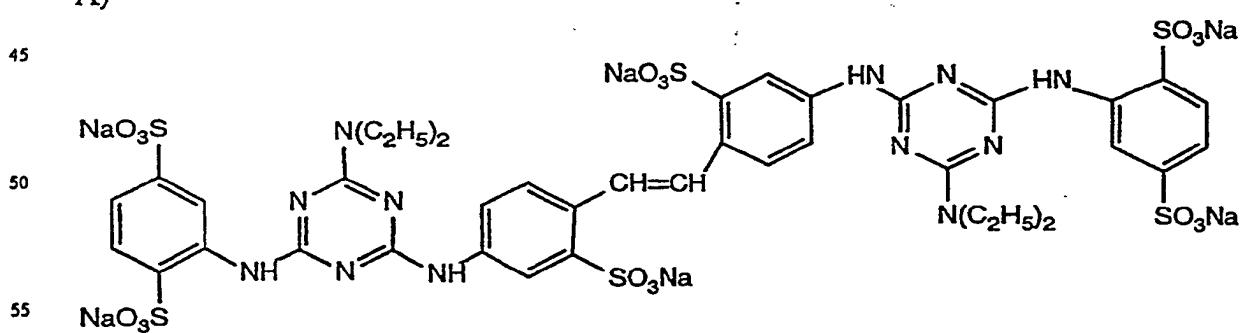
Es wird das gleiche Vorkondensat wie im Beispiel 2 aus 600 g Harnstoff, 1400 g 30%iger wäßriger Formaldehydlösung und 790 g Wasser bei einem pH-Wert von 7 und bei einer Temperatur von 70°C hergestellt. Das Vorkondensat wird rasch und unter starkem Rühren mit einer Lösung von 30,5 g Sulfaminsäure in 920 ml Wasser von 50°C versetzt. Nach 5,5 Sek. giert das Reaktionsgemisch. Man lässt es während 2h bei 70°C nachreagieren, zerkleinert es und vermahlt es mit der gleichen Menge Wasser mit Hilfe eines hochtourigen Mixers, wobei mit 10%iger wäßriger Sodalösung ein pH-Wert von 7,5 eingestellt wird. Es wird filtriert, und der Filterkuchen wird in 13 gleiche Teile à je 287 g geteilt. Jeder dieser Teile wird mit 500 ml deionisiertem Wasser, dem man mit Ausnahme des ersten Teiles (Beispiel 3.1) die in der Tabelle 3 angegebenen Mengen der optischen Aufheller zusetzt, versetzt. Es wird weitere 10 Min. mit dem Mixer dispergiert, filtriert, über Nacht bei 80°C getrocknet und während 2 Stunden in der Kugelmühle aus Porzellan vermahlt. Man erhält je 59–60 g eines blendend weißen Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes mit den in Tabelle 3 angegebenen Weißgraden, die sich auf die Pigmentpulver beziehen.

Tabelle 3

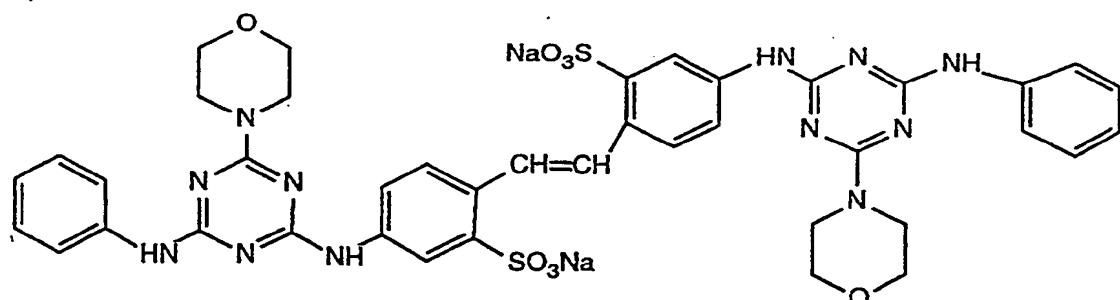
Beispiel Nr.	optischer Aufheller		Weissgrad nach Ganz
	Struktur	mg Zugabe	
3.1	-	-	92
3.2	A	17	110
3.3	A	50	117
3.4	B	17	104
3.5	B	50	112
3.6	C	17	111
3.7	C	50	120
3.8	D	17	108
3.9	D	50	120
3.10	E	17	117
3.11	E	50	133
3.12	F	17	110
3.13	F	50	118

Strukturen der optischen Aufheller

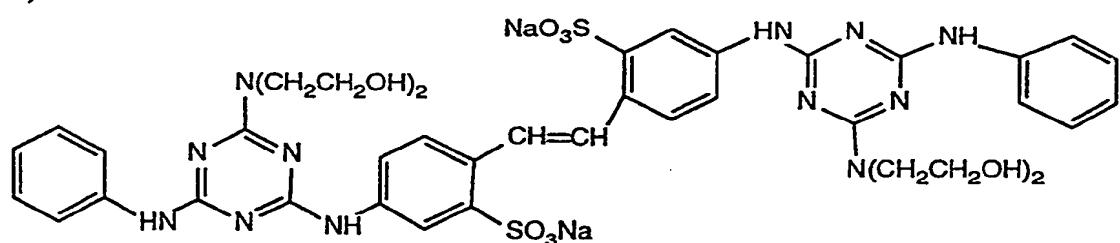
A)



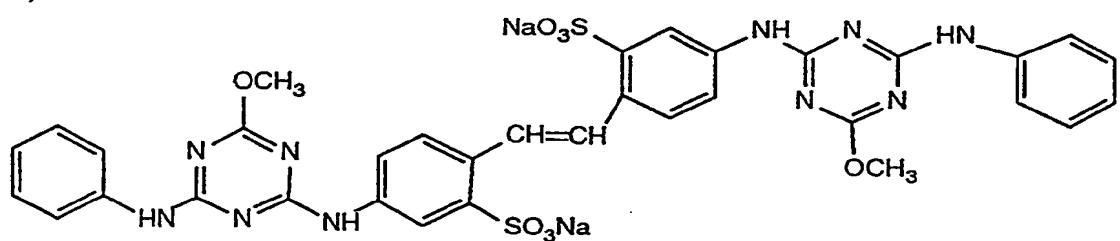
B)



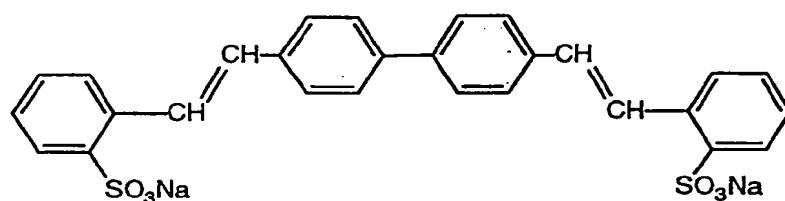
C)



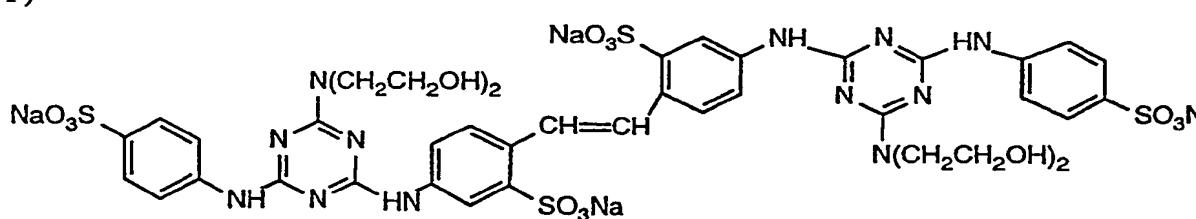
D)



E)



F)



Beispiel 4

Herstellung von Papier

Es werden 7 Suspensionen aus 30 g Buche-Sulfitzellstoff, Typ RKN, 61 Wasser, 0,3 g Harzleim Ehasol® S 30 und 0,6 g Aluminiumsulfat hergestellt und nach Zugabe jeweils eines der in Tabelle 4 aufgeführten optisch

aufgehellten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte in den angegebenen Mengen werden Papierblätter auf dem Blattbildner nach Lhomargy hergestellt. Die Blätter wiegen je 2,7 g. Es werden deren Weißgrad und Opazität gemessen. Die Tabelle 4 veranschaulicht die Ergebnisse.

5

Tabelle 4

Beispiel Nr.	optisch aufgehellte Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte		Weissgrad nach Ganz	Korrigierte Opazität
	gem. Beispiel	Menge (g)		
4.1	-	-	54	80,2
4.2	2.1	0,15	59	83,9
4.3	2.1	0,30	65	86,1
4.4	2.7	0,15	77	82,6
4.5	2.7	0,30	97	85,2
4.6	3.11	0,15	73	83,4
4.7	3.11	0,30	86	85,7

In den Abwässern ist kein optischer Aufheller nachweisbar.

35

Beispiel 5

Eine Dispersionsfarbe für Außenanstriche wird hergestellt aus:

40

Wasser	9,8	g
24%iger wässriger Ammoniaklösung	0,5	g
Calgon® 10 %	2,8	g
Nopco® 8034 10 %	1,0	g
Methocel® 4000 ¹⁾ (2 % in H ₂ O)	23,5	g
Mowilith® DM 771 ²⁾ (50 %)	94,5	g
TiO ₂ Kronos® RN 56 ³⁾	28,3	g
Kondensationsprodukt gemäss Beispiel 1.3	25,7	g
Talcum	9,5	g
Kaolin	14,0	g
Butylglycol - acetat	1,75	g
Testbenzin	2,75	g

45

50

55

60

65

1) Cellulose-methylether der DOW Chem.

2) Acrylester-Copolymer der Farbwerke Hoechst

3) Titangesellschaft in Leverkusen

Ein 110 µm dicker Film wird auf ein "Opacity Panel" aufgezogen. Nach der Trocknung zeigt er eine Opazität

von 97,7% und einen Weißgrad von 93,5.

Ersetzt man in dieser Dispersionsfarbe das Kondensationsprodukt gemäß Beispiel 1.3 durch ein solches gemäß Beispiel 1.1, so fällt der Weißgrad auf 86,3 zurück.

Patentansprüche

5

1. Verfahren zur Herstellung von optisch aufgehellten organischen Weißpigmenten, dadurch gekennzeichnet, daß während der Herstellung der organischen Weißpigmente optische Aufheller inkorporiert werden.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei das Weißpigment ein Harnstoff-Formaldehydkondensationsprodukt ist, das durch

a) Kondensation einer wäßrigen Lösung enthaltend Harnstoff und Formaldehyd bei einem pH-Wert von 6,0 bis 8,0 und einer Temperatur von 30 bis 100°C, dann

b) Versetzen des erhaltenen Vorkondensates mit einer Säure, und anschließend

c) Nachreaktion des erhaltenen Gels und nachfolgende Aufarbeitung gewonnen wird,

dadurch gekennzeichnet, daß vor, während oder nach der Gelierung dem Reaktionsmedium ein in Wasser löslicher oder dispergierbarer optischer Aufheller zugesetzt wird.

3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß Harnstoff und Formaldehyd in einem Mol-Verhältnis von 1 Mol Harnstoff zu 1,25 bis 1,80 Mol Formaldehyd eingesetzt werden.

4. Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß Harnstoff und Formaldehyd in einem Mol-Verhältnis von 1 Mol Harnstoff zu 1,26 bis 1,40 Mol Formaldehyd eingesetzt werden.

5. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller vor der Gelierung dem Vorkondensat zugesetzt wird.

6. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller während oder nach der Neutralisation der Gel-Suspension zugesetzt wird.

7. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller in einer Menge von 0,001 bis 1,0 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge von Harnstoff und Formaldehyd, zugesetzt wird.

8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller in einer Menge von 0,01 bis 0,5 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge von Harnstoff und Formaldehyd, zugesetzt wird.

9. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller eine Stilben-, Cumarin- oder Pyrazolin-Verbindung ist.

10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller eine Stilben-Verbindung ist.

11. Verfahren gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Stilben-Verbindung eine Bis-(triazinylamino)-stilben-disulfonsäure-Verbindung ist.

12. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller eine Distyrylidiphenyldisulfonsäure-Verbindung ist.

13. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß 0,1 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge von Harnstoff und Formaldehyd, eines der folgenden optischen Aufheller

10

15

20

25

30

35

40

45

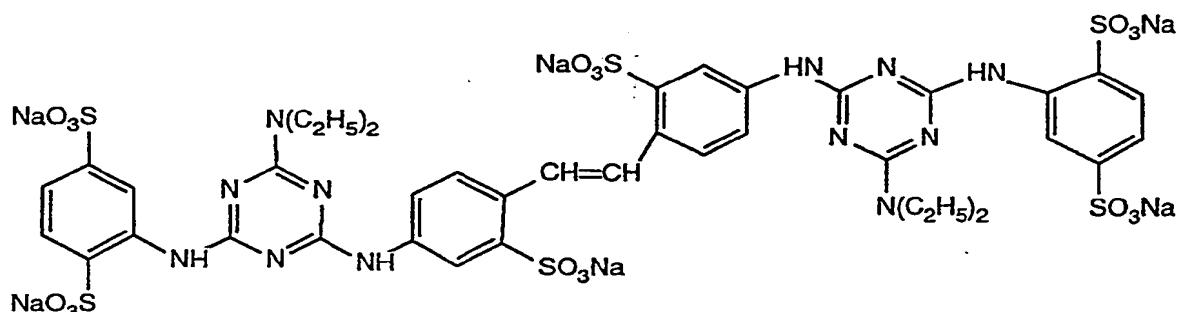
50

55

60

65

A)

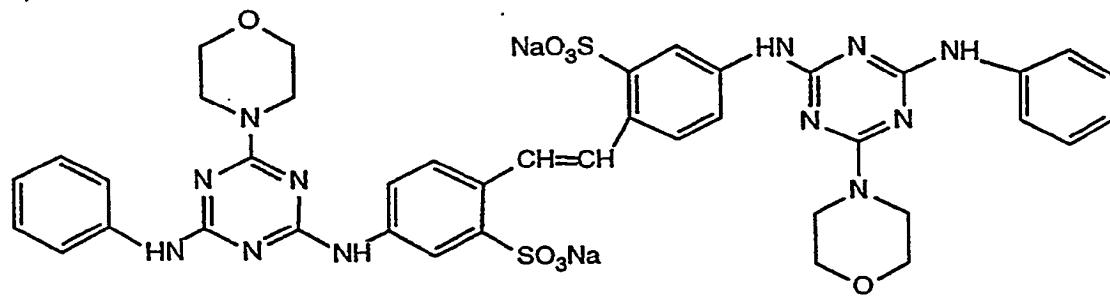


B)

5

10

15



C)

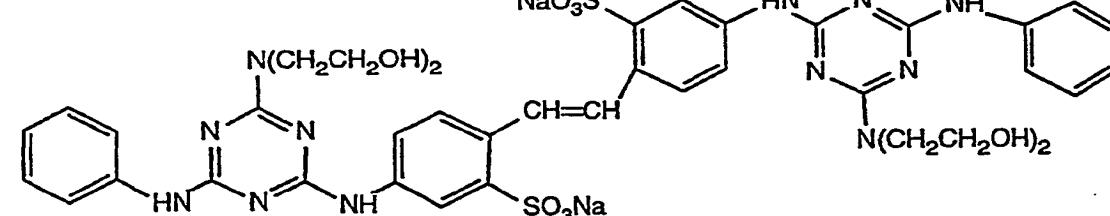
20

25

30

35

40



D)

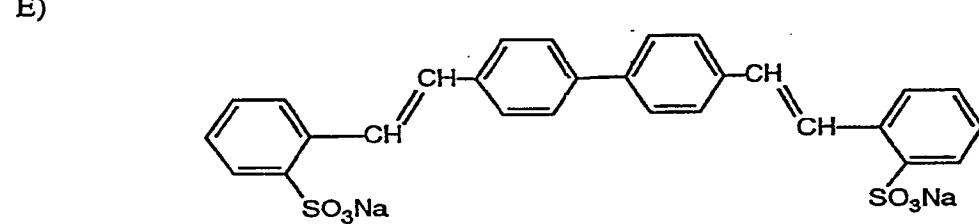
35

40

E)

45

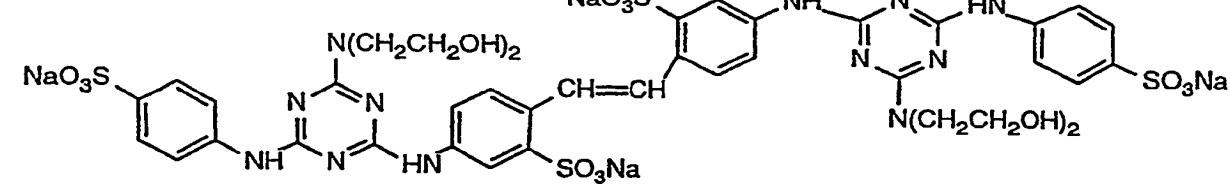
50



F)

55

60



65 vor der Gelierung dem Vorkondensat zugesetzt werden.

14. Verfahren gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Aufheller während oder nach der Neutralisation der Gel-Suspension zugesetzt wird.

15. Die gemäß dem Verfahren des Anspruchs 1 erhaltenen optisch aufgehellten organischen Weißpigmente.

DE 44 01 471 A1

16. Verwendung der nach Anspruch 1 hergestellten Produkte als Weißpigmente in der Papierindustrie, und für Beschichtungen und als Komponenten von Dispersionsfarben.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

13

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)